

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-122874

(43)Date of publication of application : 06.05.1994

(51)Int.CI.

C09K 11/06
C09K 9/02
// H05B 33/14

(21)Application number : 05-209660

(71)Applicant : KONICA CORP

(22)Date of filing : 24.08.1993

(72)Inventor : SHIBATA TOYOKO
SUZUKI SHINICHI
TAKEUCHI SHIGEKI

(30)Priority

Priority number : 04226010 Priority date : 25.08.1992 Priority country : JP

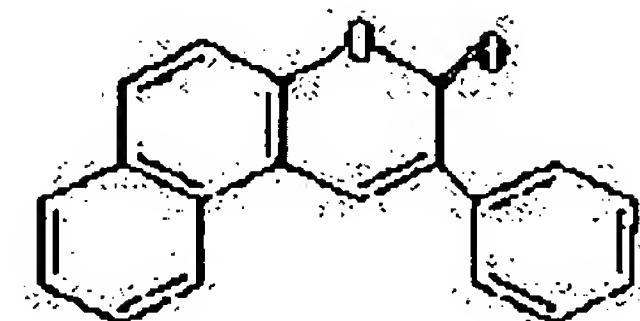
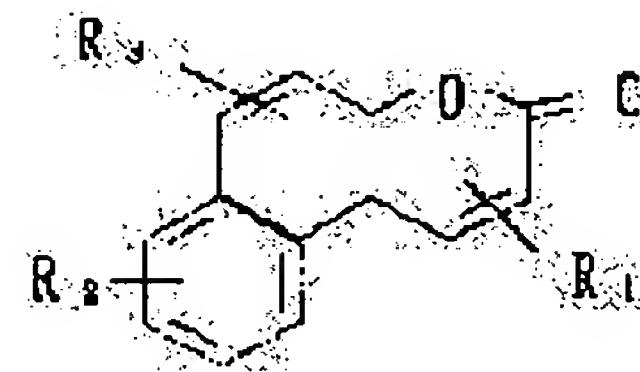
(54) ORGANIC ELECTROLUMINESCENT ELEMENT

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject element, having a higher luminous intensity and high durability at a practical level and useful as a planar light source, a flat display, etc., by forming a layer containing a specific organic compound.

CONSTITUTION: The objective element is obtained by forming a layer containing an organic compound of formula I [R1 is (substituted)phenyl, biphenyl, benzyl, etc.; R2 and R3 are (substituted)alkyl, aryl, nitro, etc.], e.g. a compound of formula II.

Although an element having a construction of, e.g. substrate/anode/ luminous layer/cathode, substrate/anode/positive hole injecting layer/luminous layer/cathode or substrate/anode/luminous layer/electron injecting layer/cathode is cited as the element, this compound of formula I is preferably used in the luminous layer or the electron injecting layer. Furthermore, the luminous layer is preferably formed into a film having 20–150nm thickness thereof by a vacuum deposition, a casting methods, etc. The electron injecting layer is preferably formed into a film having 30–200nm thickness thereof according to the similar method.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(2)

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-122874

(43)公開日 平成6年(1994)5月6日

(51)Int.Cl.⁵

C 0 9 K 11/06

9/02

// H 0 5 B 33/14

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

Z 9159-4H

A 7188-4H

審査請求 未請求 請求項の数2(全15頁)

(21)出願番号

特願平5-209660

(22)出願日

平成5年(1993)8月24日

(31)優先権主張番号

特願平4-226010

(32)優先日

平4(1992)8月25日

(33)優先権主張国

日本 (JP)

(71)出願人

000001270

コニカ株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

(72)発明者

芝田 豊子

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会
社内

(72)発明者

鈴木 真一

東京都日野市さくら町1番地コニカ株式会
社内

(72)発明者

竹内 茂樹

東京都八王子市石川町2970番地コニカ株式
会社内

(54)【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子

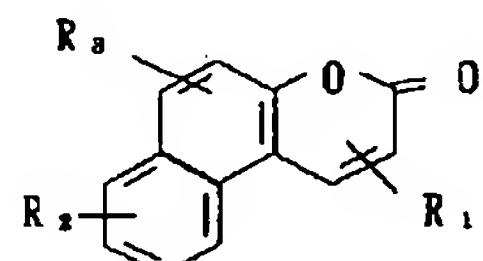
(57)【要約】

一般式 [1]

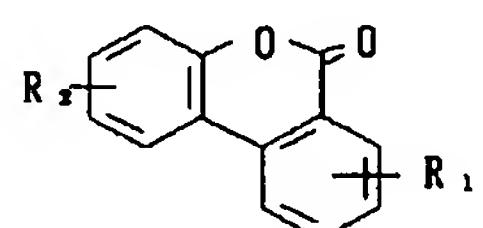
【目的】 発光強度が強くかつ高耐久性が実用レベルの
エレクトロルミネッセンス素子の提供。【構成】 一对の対向電極とこれらによって挟持された
一層または複数層の有機化合物層から構成されているエ
レクトロルミネッセンス素子において、下記一般式

[1]，[2]を含有することを特徴とする。

【化1】



一般式 [2]



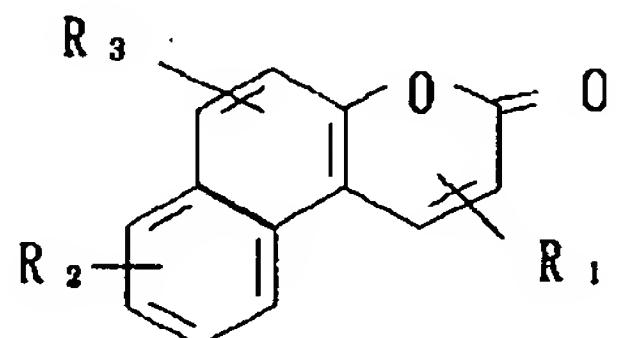
(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式[1]で示される有機化合物を含有する層を、少なくとも一層以上設けたことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【化1】

一般式[1]

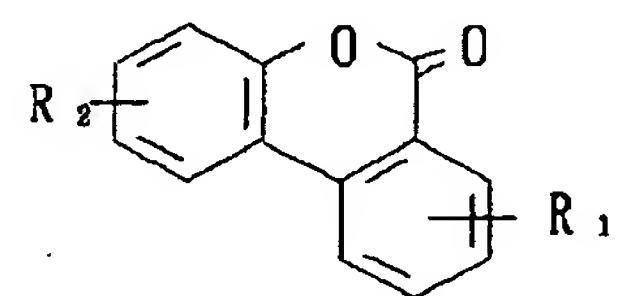


(R₁は、置換、無置換のフェニル基、ビフェニル基、ベンジル基、アルキル基、アルコキシ基を表し、R₂、R₃は、置換、無置換のアルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、アリール基、置換、無置換のアルキルアミン基、ハロゲン化アルキル基、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、置換、無置換の複素環基などを表し、R₂=R₃、R₂≠R₃いずれでもかまわない。)

【請求項2】 下記一般式[2]で示される有機化合物を含有する層を、少なくとも一層以上設けたことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【化2】

一般式[2]



(R₁、R₂は、置換、無置換のアルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、アリール基、置換、無置換のアルキルアミノ基、ハロゲン化アルキル基、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、置換、無置換の複素環基などを表し、R₁=R₂、R₁≠R₂いずれでもかまわない。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、有機エレクトロルミネッセンス素子に関し、特に平面光源及びフラットディスプレイなどに用いられる有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【0002】

【従来の技術】有機エレクトロルミネッセンス素子は、有機発光層及び該層をはさんだ一対の対抗電極から構成されており、その発光は一方の電極から注入された電子、もう一方の電極から注入された正孔により、発光層内で再結合が起り発光体がより高いエネルギー準位に励

2

起され、励起された発光体が元の基底状態に戻る際にエネルギーを光として放出する事により発生する。このようにキャリア注入型エレクトロルミネッセンス素子は、有機化合物薄膜を用いるようになってから、発光強度の強いものが得られるようになってきた。例えば、米国特許3,530,325号には発光体として単結晶アントラセン等を用いたもの、特開昭59-194393号には正孔注入層と有機発光体層を組合せたもの、特開昭63-295695号には正孔注入輸送層と有機電子注入輸送層を組合せたもの及びJpn. Journal of Applied Physics, vol. 27, No 2, P 269~271には正孔移動層と発光層と電子移動層を組合せたものが開示されており、これらにより発光強度は改良されてきた。

【0003】しかしながら、上述した構成の従来の有機エレクトロルミネッセンス素子においては、発光強度は改良されてきてはいるが、耐久性に問題があり、まだ実用レベルの発光強度及び耐久性に達していなかった。従って、より発光強度が強くかつ高耐久の有機エレクトロルミネッセンス素子の開発が望まれていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の実状に鑑みてなされたもので、その目的は、より発光強度が強くかつ高耐久性の実用レベルの有機エレクトロルミネッセンス素子を提供することにある。

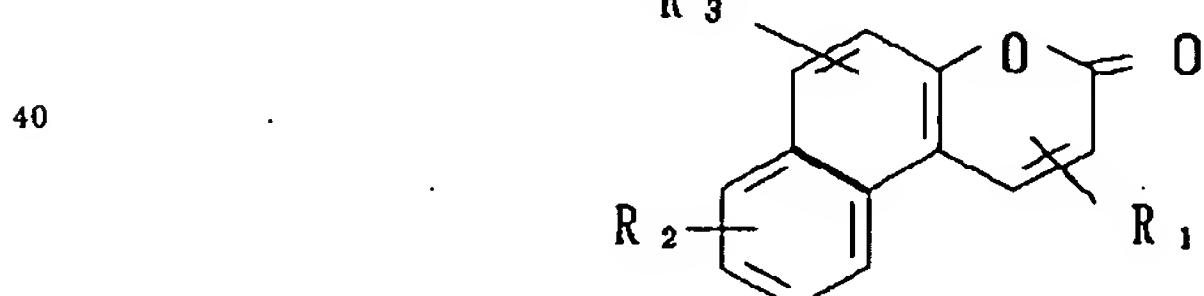
【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記の目的を達成するため鋭意努力研究を重ねた結果、一対の対抗電極とこれらによって挟持された一層又は複数層の有機化合物層から構成されているエレクトロルミネッセンス素子に於いて、下記一般式[1]または[2]で表される有機化合物を含有する層を、少なくとも一層以上設けた事を特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子により、達成される事を見いだした。

【0006】

【化3】

一般式[1]



【0007】(R₁は、置換、無置換のフェニル基、ビフェニル基、ベンジル基、アルキル基、アルコキシ基を表し、R₂、R₃は、置換、無置換のアルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、アリール基、置換、無置換のアルキルアミン基、ハロゲン化アルキル基、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、置換、無置換の複素環基などを表し、R₂=R₃、R₂≠R₃いずれでもかまわ

(3)

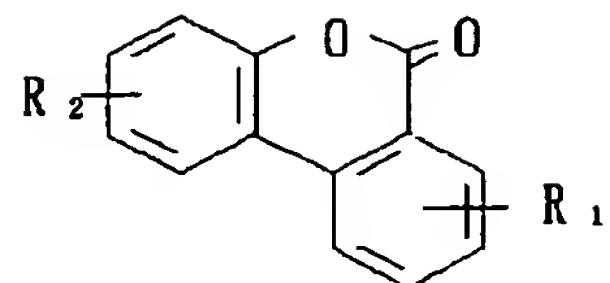
3

ない。)

【0008】

【化4】

一般式 [2]



【0009】 (R_1, R_2 は、置換、無置換のアルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、アリール基、置換、無置換のアルキルアミノ基、ハロゲン化アルキル基、水素原子、ハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、置換、無置換の複素環基などを表し、 $R_1=R_2$ 、 $R_1 \neq R_2$ いずれでもかまわない。) 一般式 [1] に於ける R_1 の表すフェニル基、ビフェニル基、ベンジル基の置換基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などのアルキル基；メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基などのアルコキシ基；アミノ基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジ-*t*-ブチルアミノ基などの置換、無置換アミノ基、又、水素原子や、塩素原子、臭素原子、沃素原子、フッ素原子などのハロゲン原子が挙げられる。又、 R_1 の表すアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などの置換、無置換のアルキル基；アルコキシ基としてはメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基などの置換、無置換のアルコキシ基；アルキルアミノ基として

(3)

4

は、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジ-*t*-ブチルアミノ基などの置換、無置換のアルキルアミノ基；カルボン酸及びその誘導体としては、カルボキシル基やメトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基などの置換、無置換のアルコキシカルボニル基；ハロゲン原子としては、塩素原子、臭素原子、沃素原子、フッ素原子が挙げられる。この R_1 の特に好ましい置換基としては、アルキル基、フェニル基、ビフェニル基が挙げられる。更に、一般式 [1] に於ける R_2, R_3 及び一般式 [2] に於ける R_1, R_2 の表すアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などの置換、無置換のアルキル基；アルコキシ基としてはメトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基などの置換、無置換のアルコキシ基；アラルキル基としては、ベンジル基など置換、無置換のアラルキル基；アリール基としては、フェニル基、ナフチル基、ビフェニル基などの置換、無置換のアリール基；複素環基としては、ピリジル基、トリアゾリル基、チアゾリル基、ピロリル基、フリル基、オキサゾリル基、ベンゾイミダゾリル基、ベンゾチアゾリル基などの置換、無置換の複素環基；ハロゲン原子としては、塩素原子、臭素原子、沃素原子、フッ素原子が挙げられる。

【0010】 次に一般式 [1] 及び [2] で示される化合物の具体例を示す。但し、これらはあくまでも具体例であり、本発明はこれらによって限定されるものではない。

【0011】

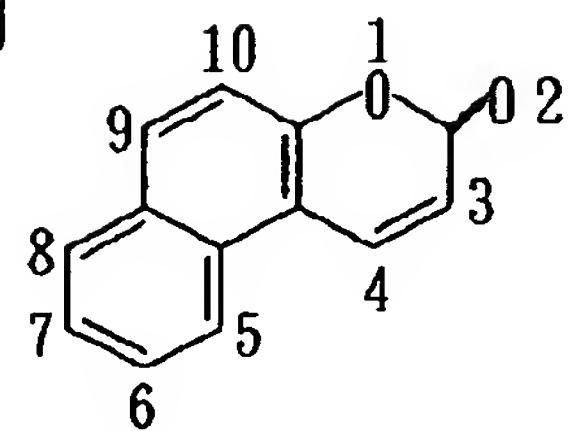
【化5】

(4)

5

6

化合物例

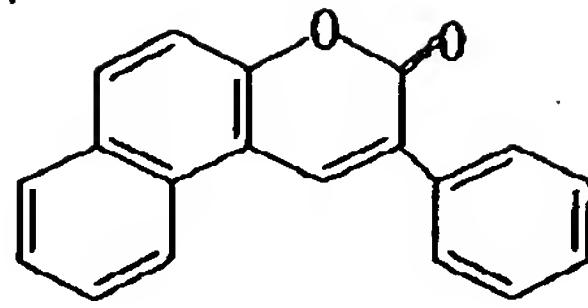


化合物例No.	R ₁	R ₂	R ₃
1	3-N(CH ₃) ₂	H	H
2	3-CH ₃	H	H
3	4-Cl	H	H
4	3-C ₂ H ₅	H	H
5	4-OCH ₃	H	H
6	3-COOCH ₃	H	H
7	3-NH ₂	H	H
8	4-CH ₃	6-Cl	H
9	3-OCH ₃	5-CF ₃	H
10	3-Cl	7-Ph	H
11	4-CH ₃	6-Cl	H
12	3-OCH ₃	5-OCH ₃	H
13	H	5-C ₂ H ₅	H
14	H	6-Br	H
15	H	7-OCH ₃	H
16	H	8-Ph	H
17	H	7-CF ₃	H
18	H	6-Cl	9-CF ₃
19	H	7-CH ₃	10-CH ₃
20	H	6-Cl	9-CH ₃
21	H	8-Ph	10-OCH ₃
22	H	7-CH ₃	9-Cl
23	3-N(CH ₃) ₂	H	9-Cl
24	4-Cl	H	10-Ph
25	3-CH ₃	H	9-CH ₃
26	3-COOC ₂ H ₅	7-CH ₃	9-CH ₃
27	4-OCH ₃	6-Cl	10-OCH ₃
28	3-N(C ₂ H ₅) ₂	8-CH ₃	10-CH ₃
29	3-Cl	5-Cl	9-Cl
30	H	H	9-Ph
31	H	H	10-CH ₃
32	H	H	10-C ₂ H ₅
33	H	H	9-Cl
34	H	H	9-OCH ₃
35	H	H	9-CN
36	H	H	10-CF ₃

(5)

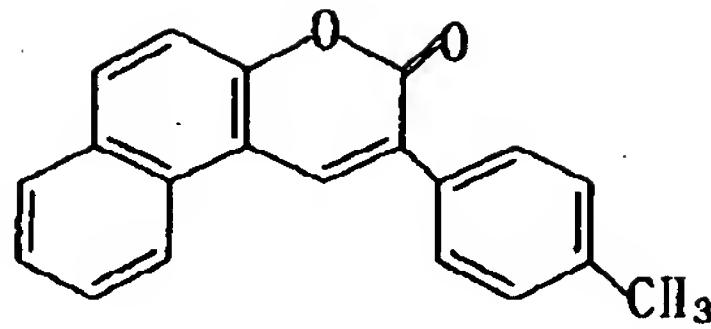
7

No. 37

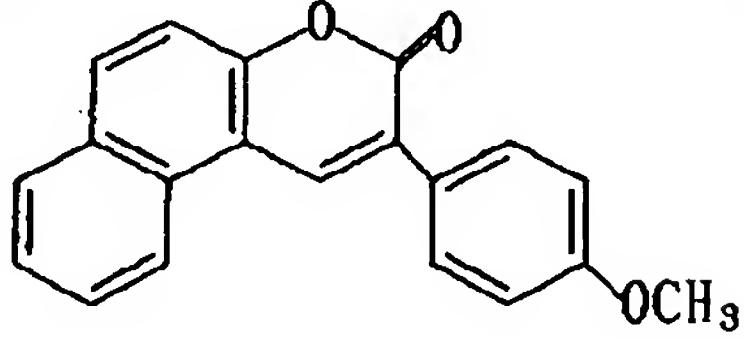


8

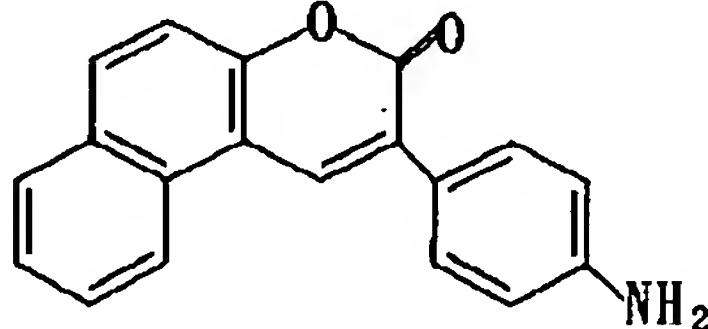
No. 38



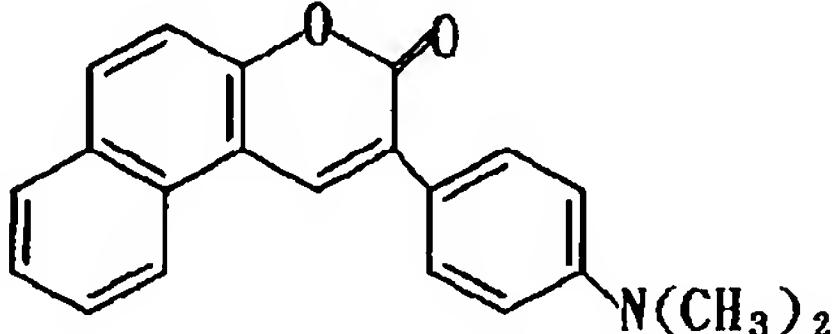
No. 39



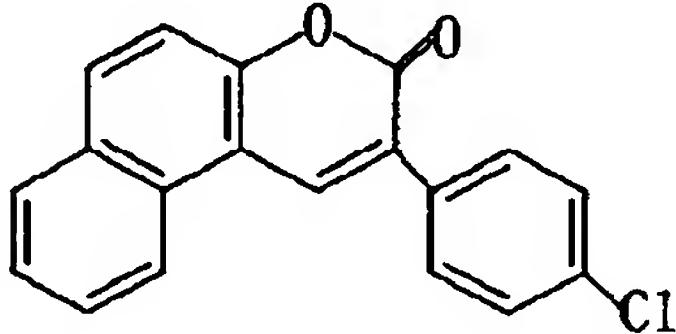
No. 40



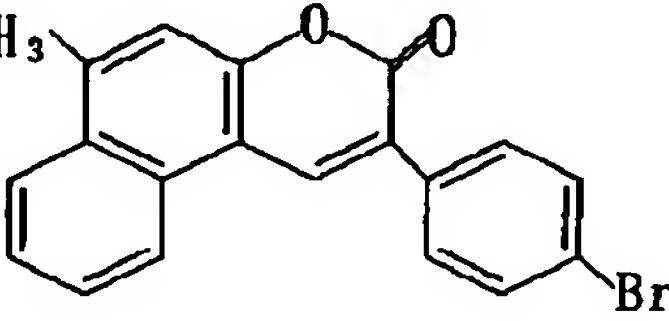
No. 41



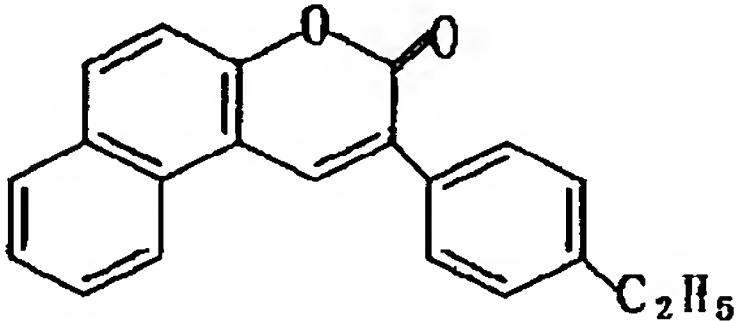
No. 42



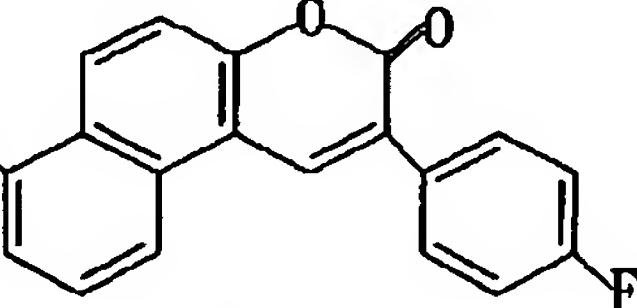
No. 43



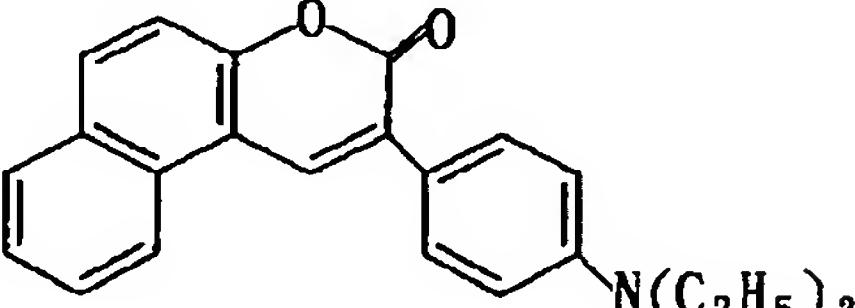
No. 44



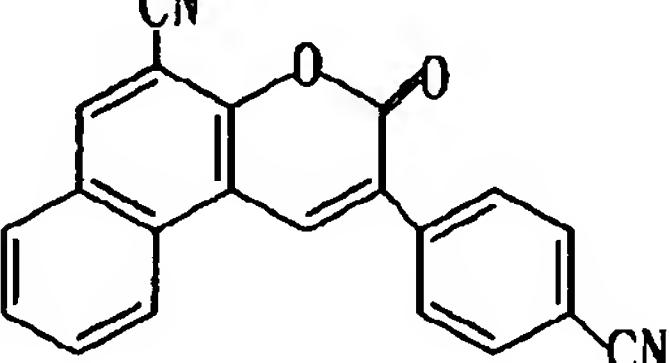
No. 45



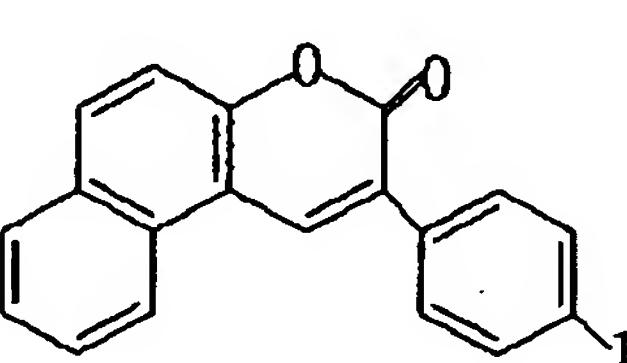
No. 46



No. 47



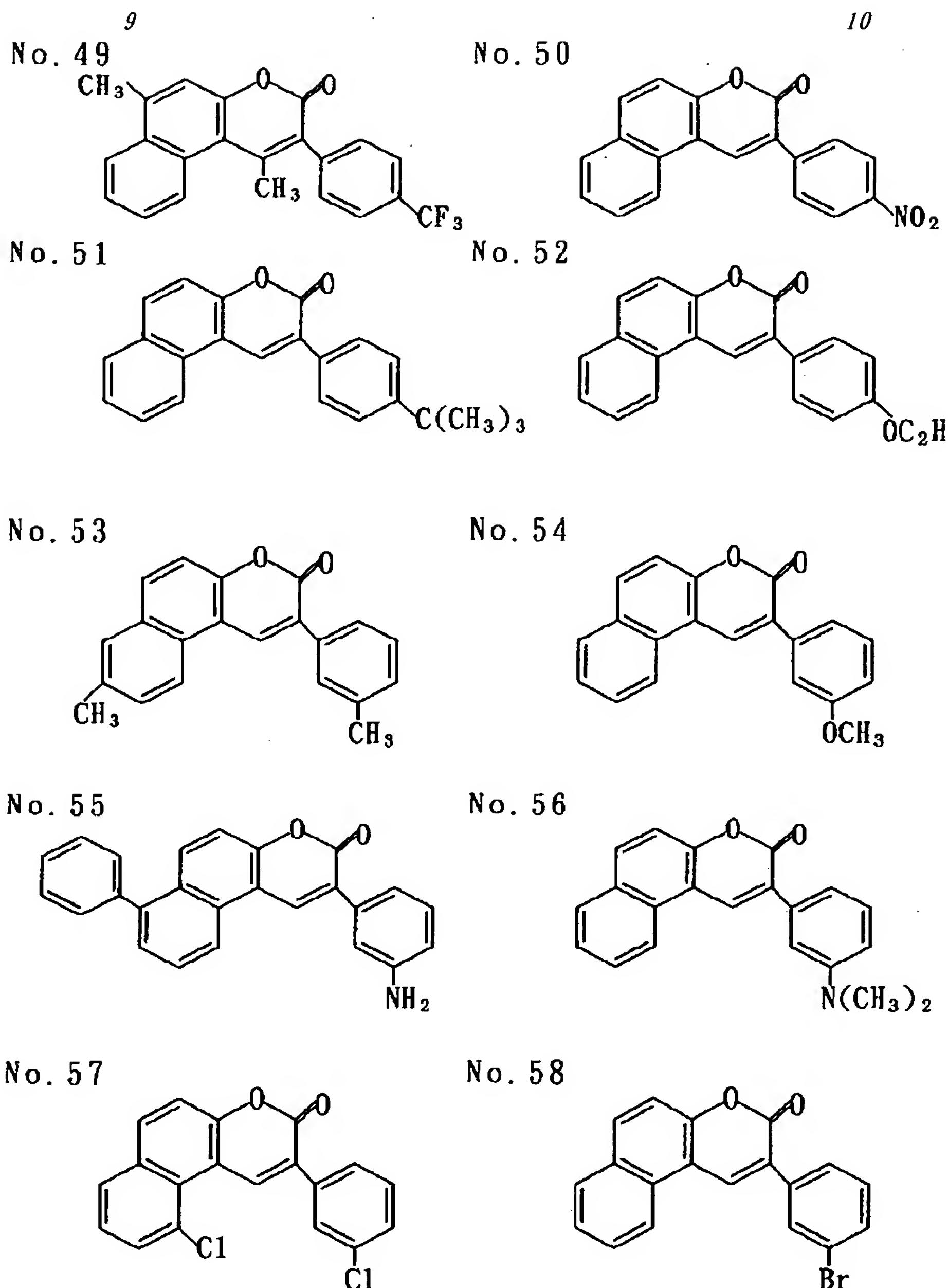
No. 48



【0013】

【化7】

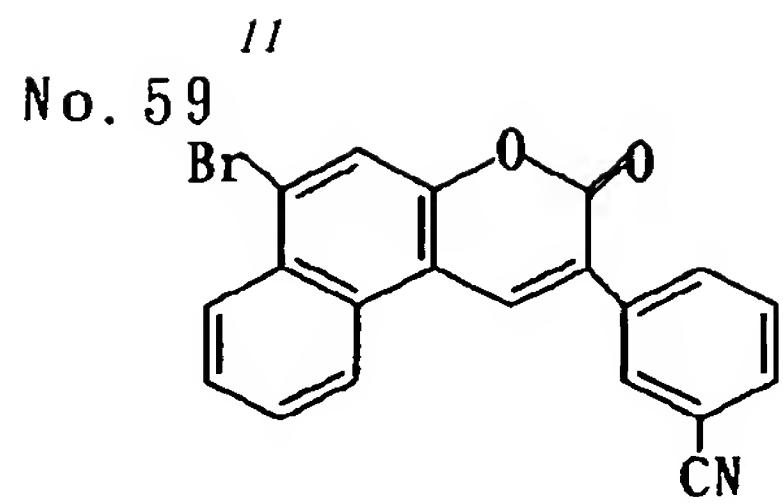
(6)



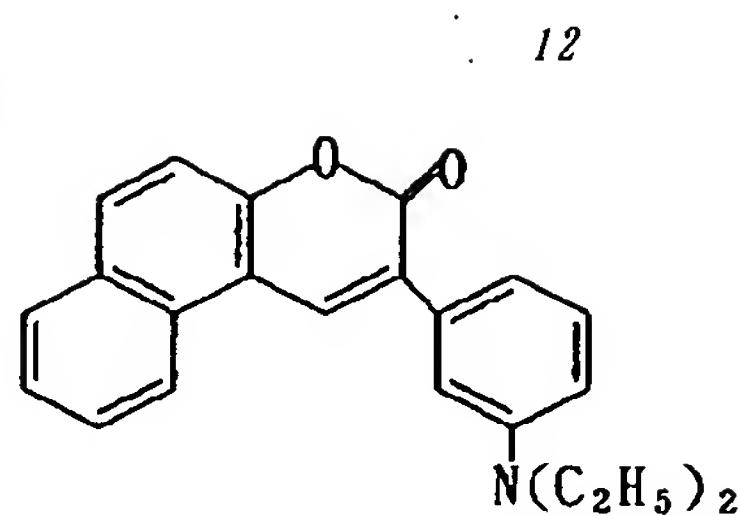
【0014】

【化8】

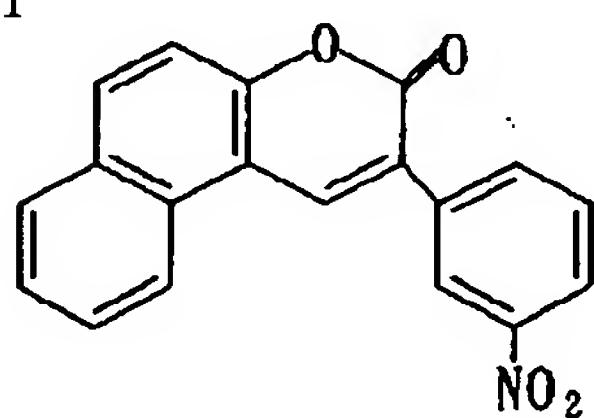
(7)



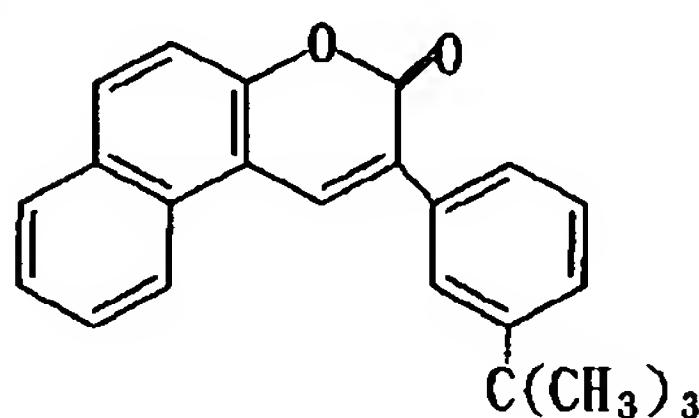
No. 60



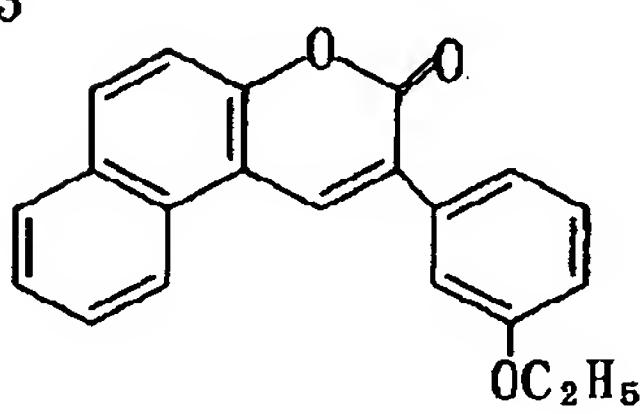
No. 61



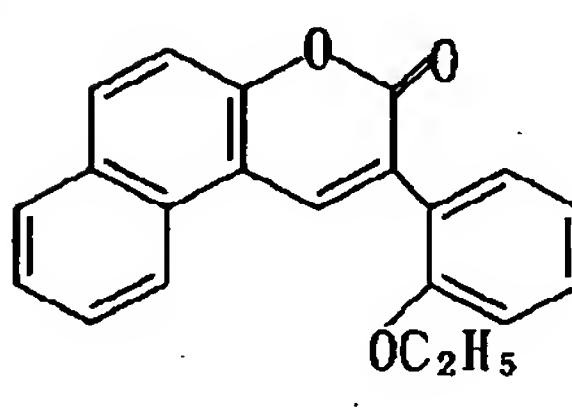
No. 62



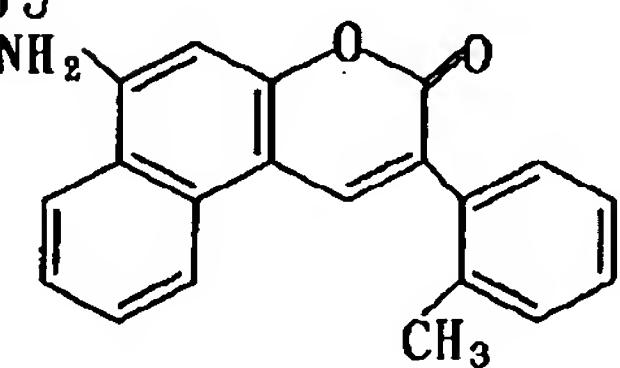
No. 63



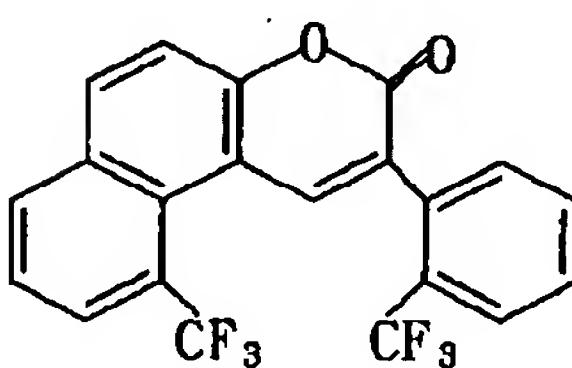
No. 64



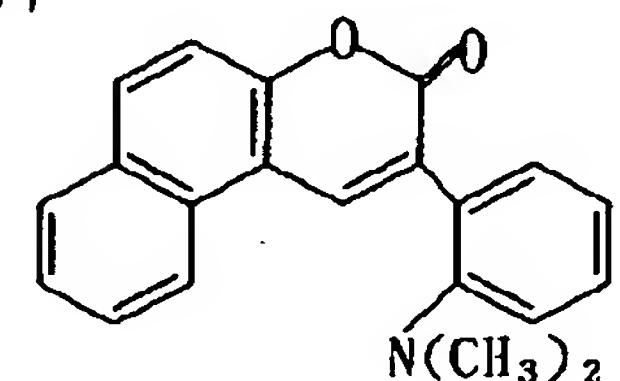
No. 65



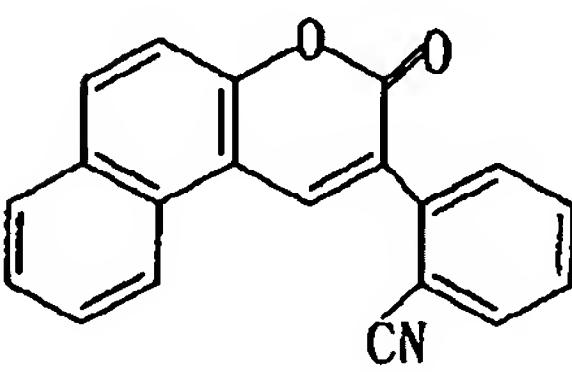
No. 66



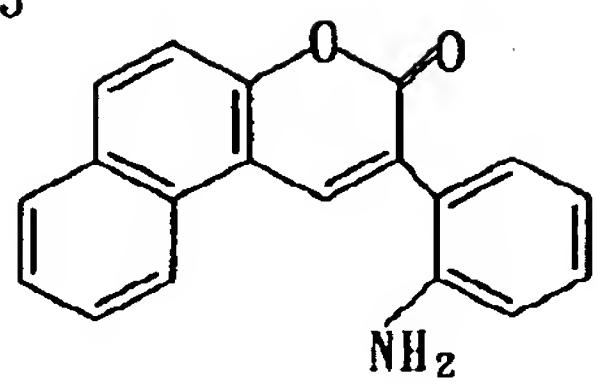
No. 67



No. 68

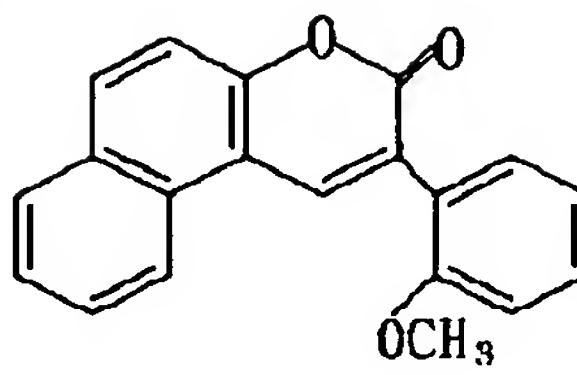


(8)

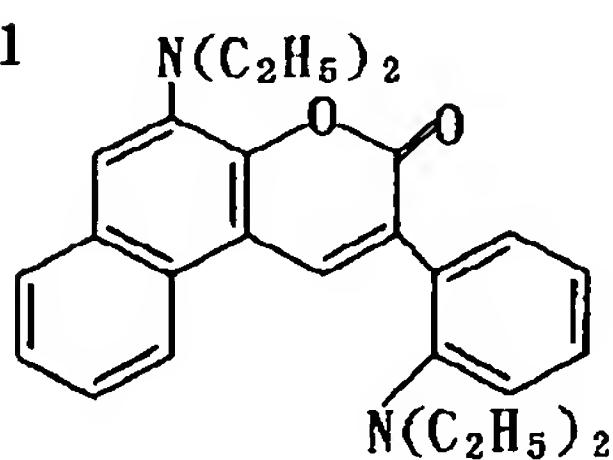
No. 69
13

No. 70

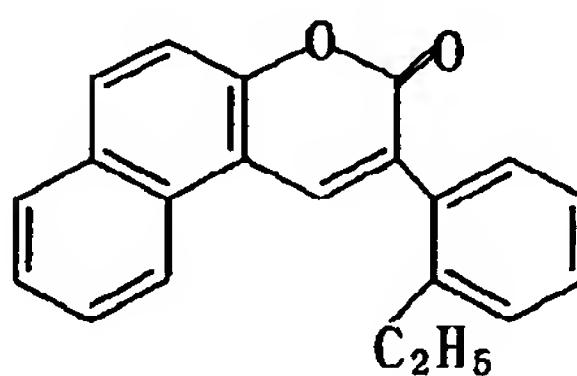
14



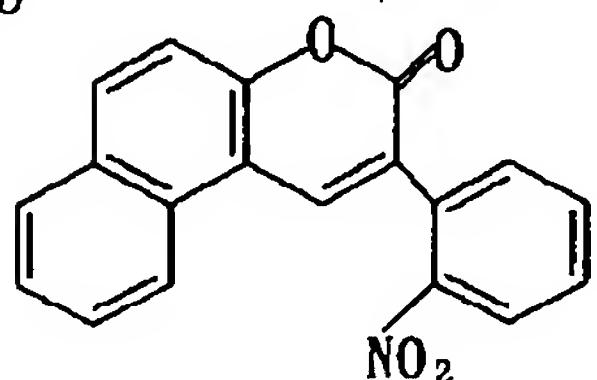
No. 71



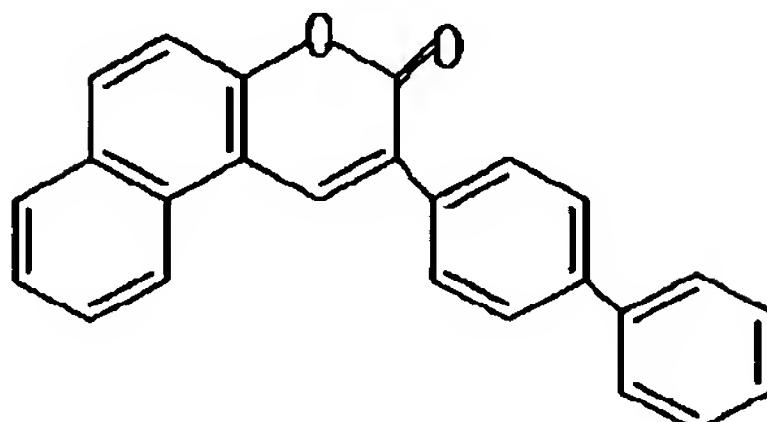
No. 72



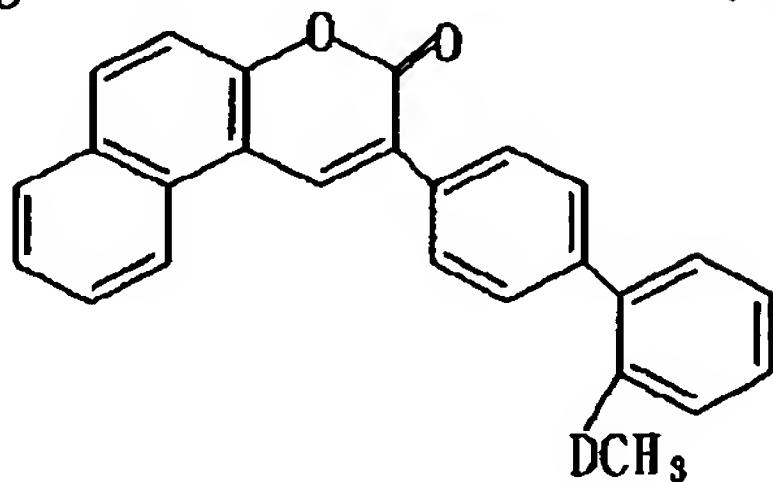
No. 73



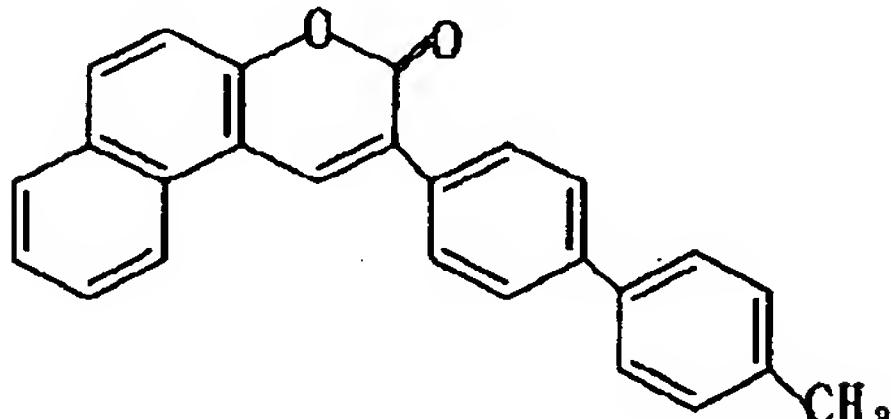
No. 74



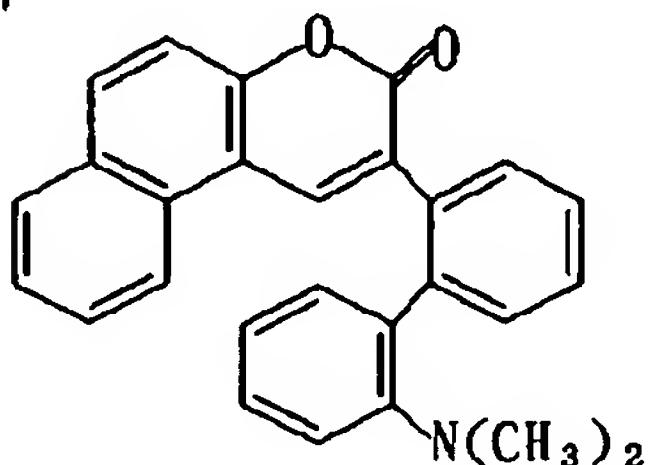
No. 75



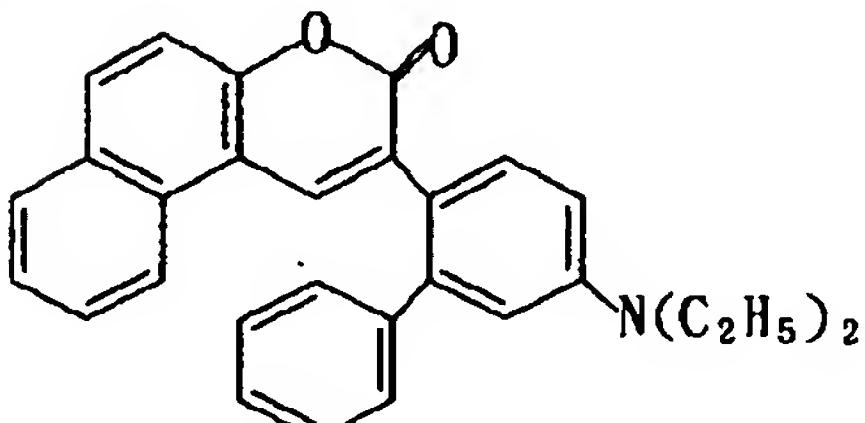
No. 76



No. 77



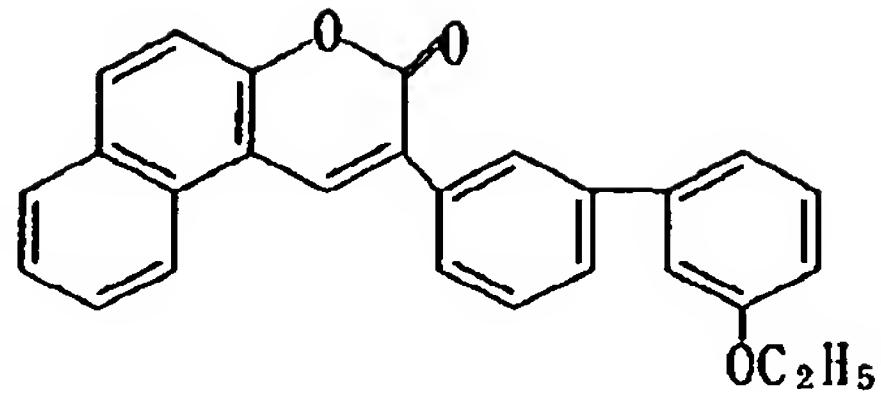
No. 78



(9)

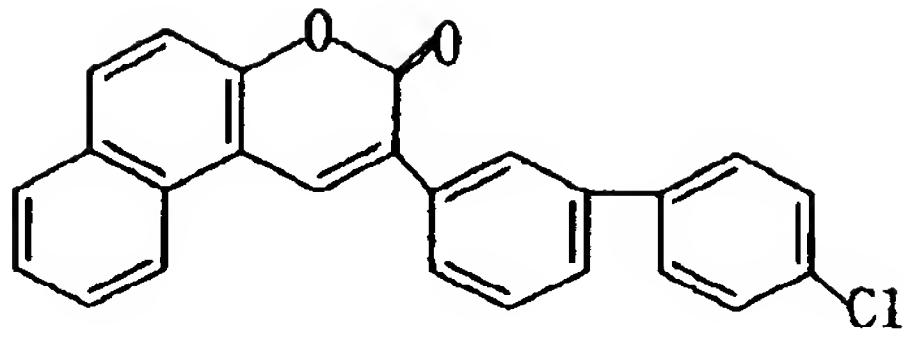
15

No. 79

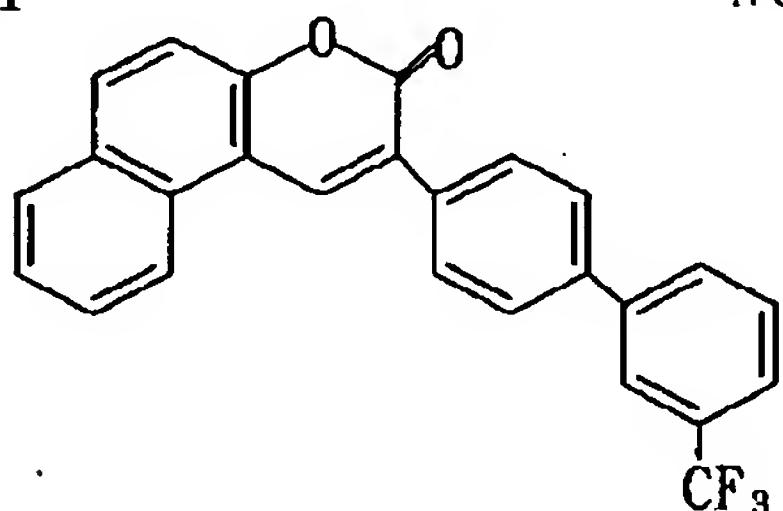


16

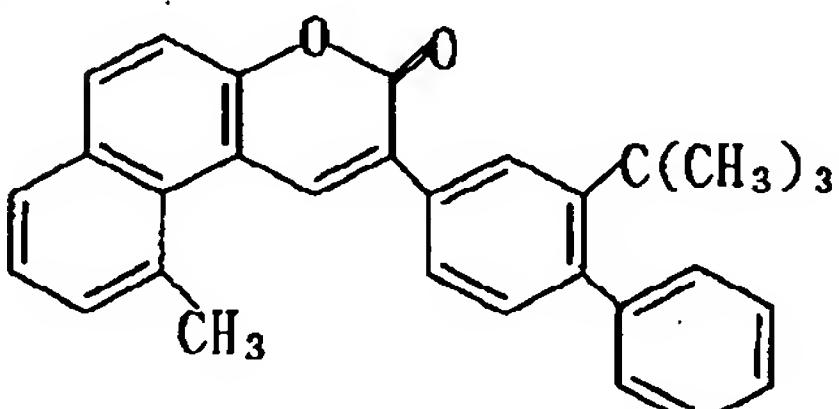
No. 80



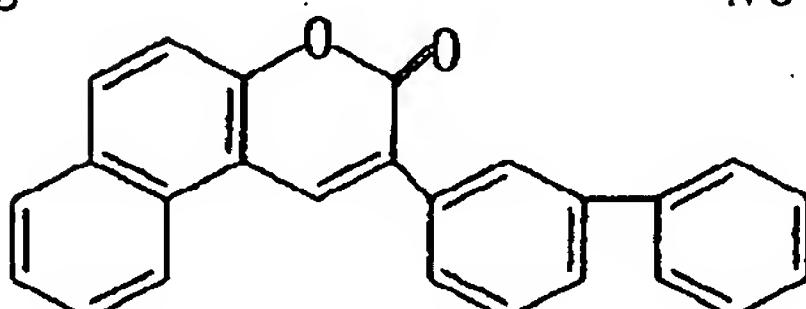
No. 81



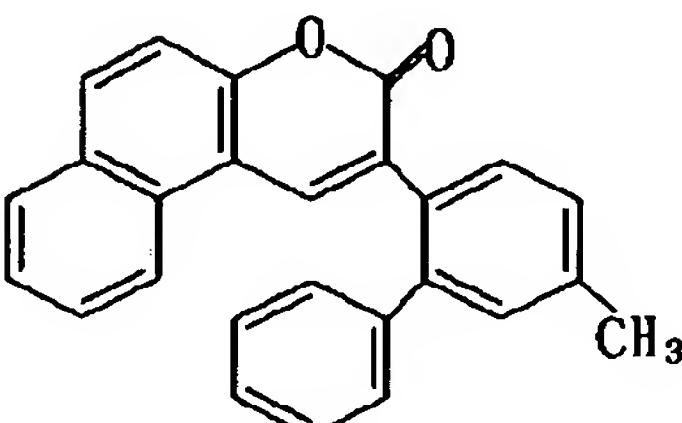
No. 82



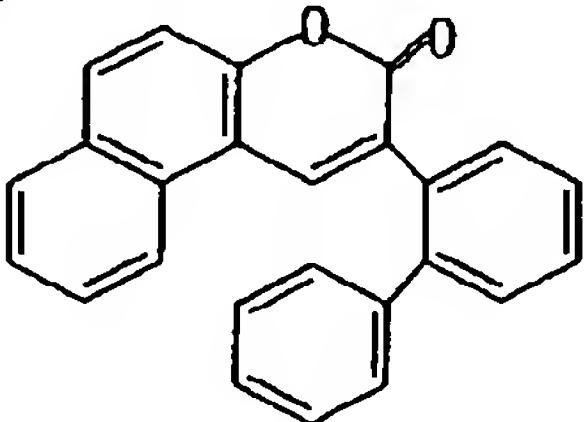
No. 83



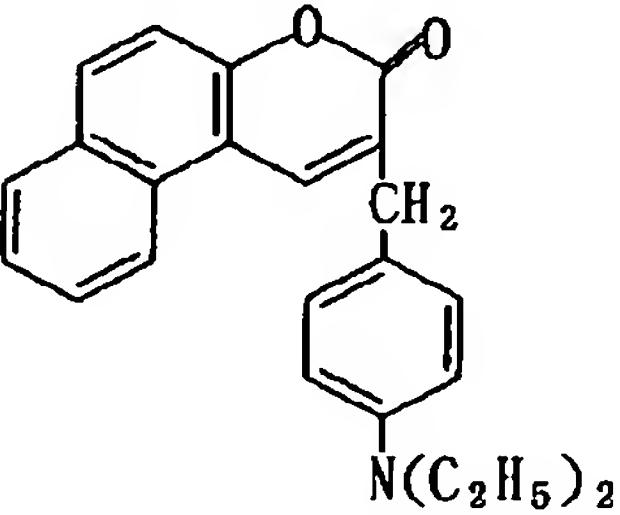
No. 84



No. 85

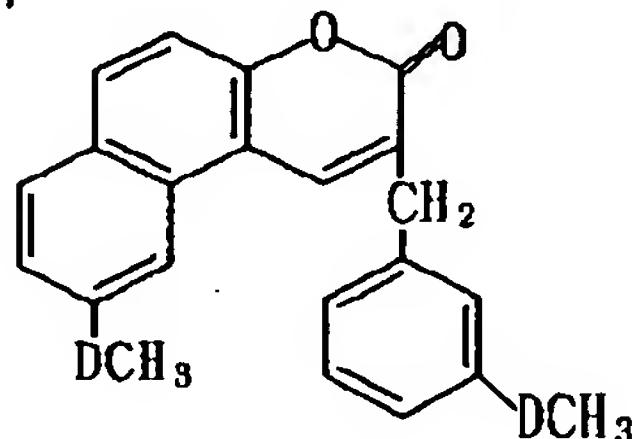


No. 86



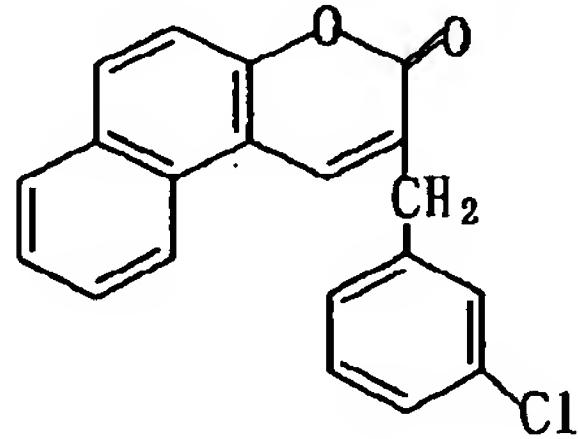
【0017】

No. 87

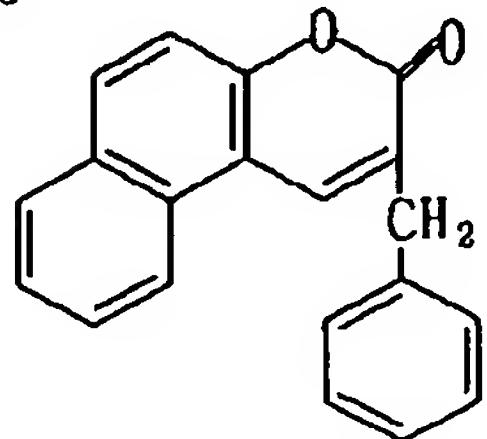


【化11】

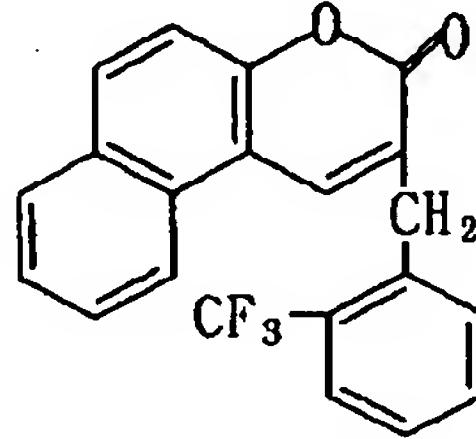
No. 88



No. 89



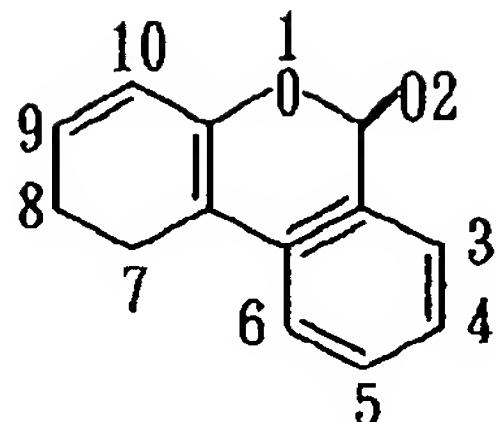
No. 90



(10)

17

【0018】
【化12】
化合物例



化合物例No.	R ₁	R ₂
91	H	H
92	H	7-CH ₃
93	H	8-Cl
94	H	9-Ph
95	H	8-N(CH ₃) ₂
96	H	10-CF ₃
97	H	7-CN
98	H	9-OCH ₃
99	H	10-C ₂ H ₅
100	3-CH ₃	H
101	4-Cl	H
102	5-Ph	H
103	6-N(CH ₃) ₂	H
104	3-CF ₃	H
105	4-N(CH ₃) ₂	H
106	5-OCH ₃	H
107	6-C ₂ H ₅	H
109	3-NO ₂	H
110	4-OCH ₃	9-Cl
111	5-CH ₃	8-Ph
112	6-CN	7-CH ₃
113	4-N(CH ₃) ₂	9-N(CH ₃) ₂
114	3-OCH ₃	9-CH ₃
115	5-Br	8-CF ₃
116	4-CH ₃	9-CH ₃
117	3-CN	8-OCH ₃
118	4-Ph	9-Ph
119	5-CN	8-CN
120	5-C(CH ₃) ₃	8-C(CH ₃) ₃
121	3-Cl	10-Cl
122	4-NO ₂	9-Cl
123	3-CN	10-NO ₂
124	4-N(CH ₃) ₂	9-C(CH ₃) ₃
125	4-Ph	10-NO ₂
126	4-NO ₂	8-OCH ₃
127	4-NO ₂	9-NH ₂
128	4-N(C ₂ H ₅) ₂	9-N(C ₂ H ₅) ₂

【0019】本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子の構成には各種態様が有るが、基本的には有機発光層及び該層を挟んだ一対の対抗電極から構成されており、具体的には、(1)基板／陽極／発光層／陰極(図1(1))、(2)基板／陽極／正孔注入層／発光層／陰極(図1(2))、(3)基板／陽極／発光層／電子注入層／陰極(図1(3))、(4)基板／陽極／正孔注入層／発光層／電子注入層／陰極(図1(4))などが挙げられるが、本発明は必ずしもこの構成に限定される

18

ものでなく、それぞれにおいて発光層、正孔注入層、電子注入層を複数層設けたり、またそれにおいて正孔注入層／発光層、発光層／電子注入層、正孔注入層／発光層を繰返し積層した構成にしたり、発光層と電子注入層との間に電子注入材と発光材との混合層、正孔注入層と発光層との間に正孔注入材と発光材の混合層をもうけたりまたそれにおいて他の層を設けてもかまわない。本発明の化合物一般式[1]及び[2]は、電子注入層もしくは発光層に用いるのが望ましい。

【0020】発光層は蒸着法、スピンドル法、キャスト法などにより形成してその膜厚は10～1000nmが好ましく、より好ましくは20～150nmである。正孔注入層は蒸着法、スピンドル法、キャスト法などにより形成してその膜厚は10～1000nmが好ましく、より好ましくは40～200nmである。電子注入層は蒸着法、スピンドル法、キャスト法などにより形成してその膜厚は10～1000nmが好ましく、より好ましくは30～200nmである。

【0021】基板1は、ソーダガラス、無蛍光ガラス、燐酸系ガラス、珪酸系ガラスなどのガラス板、石英、アクリル系樹脂、スチレン系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、エポキシ系樹脂、ポリエチレン、ポリエステル、シリコーン系樹脂などのプラスチック板およびプラスチックフィルム、アルミナなどの金属板及び金属ホイルなどが用いられる。

【0022】陽極2は4eVより大きい仕事関数を持つものが好ましく、炭素、アルミニウム、バナジウム、鉄、コバルト、ニッケル、クロム、銅、亜鉛、タンクステン、銀、錫、白金、金などの金属及びこれらの合金、酸化亜鉛、酸化インジウム、ITO、NESI等の酸化錫もしくは酸化錫インジウム等の複合化合物、沃化銅などの化合物、ZnO:Al, SnO₂:Sbなどの酸化物と金属の混合物、さらには、ポリ(3-メチルチオフェン)、ポリピロール、ポリアニリンなどの誘導体ポリマーなどが用いられる。膜厚は10～1000nmが好ましく、より好ましくは10～200nmである。

【0023】陰極3は4eVより大きい仕事関数を持つものが好ましく、マグネシウム、カルシウム、ナトリウム、カリウム、チタニウム、インジウム、イットリウム、リチウム、ガドリニウム、イッテルビウム、ルテニウム、マンガン、アルミニウム、銀、錫、鉛などの金属及びこれらの合金、アルミニウム／酸化アルミニウム複合体などが用いられる。膜厚は10～1000nmが好ましく、より好ましくは10～900nmである。

【0024】電極より光を取出す場合は、陽極2、陰極3のうち少なくともどちらか一方は、透過率10%以上の透明又は半透明であり、陽極2のみが透過率10%以上の透明又は半透明である場合は基板1も透明又は半透明である事が望ましい。

【0025】発光層4に用いられる発光物質の具体例としては、前記一般式に表される有機化合物以外にオキシ

(11)

19

ノイド化合物（特開昭63-295695号、特開平2-15595号、同2-66873号などに記載のもの）、ペリレン化合物（「Soluble Perylen Fluorescent Dyes with Photostability, vol. 115, P 2927(1982)」、「Jpn. Journal of Applied Physics, vol. 27, No 2, P 269(1988)」、「Bull. Chem. Soc. Jpn. vol. 25, P 411(1952)」、欧州特許553,353A1号、特開昭55-36849号、特開平2-66873号などに記載のもの）、クマリン化合物（特開昭57-51781号、特開平2-66873号などに記載されたもの）、アザクマリン化合物（特開平3-792号などに記載されたもの）、オキサゾール化合物（米国特許3,257,203号、特開平3-193763号などに記載されたもの）、オキサジアゾール化合物（米国特許3,189,447号、特開平2-216791号などに記載されたもの）、ペリノン化合物（特開平2-88689号、同2-289676号、などに記載されたもの）、ピロロピロール化合物（特開平2-296891号などに記載されたもの）、ナフタレン化合物（特開昭57-51781号、特開平2-255789号などに記載されたもの）、アントラセン化合物（特開昭56-46234号、特開平2-66873号などに記載されたもの）、フルオレン化合物（特開昭54-110837号、特開平3-162485号などに記載されたもの）、ピレン化合物（特開昭57-51781号、特開平3-162485号などに記載されたもの）、コロネン化合物（特開平3-162485号などに記載されたもの）、キノロン化合物及びアザキノロン化合物（特開平3-162483号などに記載されたもの）、ピラゾリン及びピラゾロン誘導体（米国特許3,180,729号、同4,278,746号、特開昭55-88064号、特開平2-220394号同3-162486号などに記載されたもの）、スチルベン化合物（米国特許4,356,429号、特開昭57-51781号、同61-210363号、同61-228451号、同61-14642号、同61-72255号、同62-47646号、同62-30255号、同60-94462号、同63-149652号、特開平1-173034号、同1-245087号などに記載されたもの）、ジフェノキノン化合物（「Polymer Preprints, Japan, vol. 37, p 681(1988)」、特開平3-152184号などに記載されたもの）、スチリル化合物（特開平1-245087号、同2-222484号などに記載されたもの）、ブタジエン化合物（米国特許4,356,429号、特開昭57-51781号などに記載されたもの）、アンスラセン化合物（特開平3-178942号に記載されたもの）、シアニン化合物（特開平2-66873号に記載されたもの）、アクリジン化合物（特開昭57-51781号などに記載されたもの）、8-ヒドロキシキノリン化合物の金属錯体（特開平2-8287号、同2-8290号などに記載されたもの）、シップ塩とIII族金属との錯体（特開平1-297490号などに記載されたもの）、オキシン金属錯体（特開平3-176993号などに記載されたもの）、希土類錯体（特開平1-256584号などに記載されたもの）などの蛍光物質を使用する事が出来る。

【0026】正孔注入層5に用いられる正孔輸送能を有する正孔注入化合物の具体例としては、トリアゾール化合物（米国特許3,112,197号などに記載されたもの）、

20

オキサジアゾール誘導体（米国特許3,189,447号などに記載されたもの）、イミダゾール誘導体（特公昭37-16096号などに記載されたもの）、ポリアリールアルカン誘導体（米国特許3,615,402号、特公昭45-555号、特開昭51-93224号、同56-36656号などに記載されたもの）、ピラゾリン誘導体及びピラゾロン誘導体（米国特許3,180,729号、特開昭55-88064号、同57-45545号などに記載されたもの）、フェニレンジアミン誘導体（米国特許3,615,404号、特公昭51-10105号、特開昭54-53435号などに記載されたもの）、アリールアミン誘導体（米国特許4,175,961号、特公昭49-65702号、特開昭56-223437号、西ドイツ特許1,110,518号などに記載されたもの）、オキサゾール誘導体（米国特許3,257,203号などに記載されたもの）、スチリルアントラセン誘導体（特開昭56-46234号などに記載されたもの）、フルオレノン誘導体（特開昭54-110837号などに記載されたもの）、ヒドラゾン誘導体（米国特許3,717,462号、特開昭54-59143号、特開平3-138654号などに記載されたもの）、スチルベン誘導体（特開昭61-210363号、特開平1-200262号などに記載されたもの）、ポリフィリン化合物（特開昭63-295695号、特開平2-1295号などに記載されたもの）、芳香族第3級アミン化合物及びスチリルアミン化合物（米国特許4,127,412号、特開昭53-27033号、同63-295695号、特開平1-274154号、同3-111485号などに記載されたもの）、ブタジエン化合物（特開平3-111484号などに記載されたもの）、ポリスチレン誘導体（特開平3-95291号などに記載されたもの）、ヒドラゾン誘導体（特開平3-137187号などに記載されたもの）、トリフェニルメタン誘導体、テトラフェニルベンジン誘導体（特開平3-54289号などに記載されたもの）などを使用する事ができる。特に好ましくは、ポリフィリン化合物、芳香族第3級アミン化合物及びスチリルアミン化合物である。

【0027】電子注入層6に用いられる電子輸送能を有する電子注入化合物の具体例としては、前記一般式に表される有機化合物の他にニトロ置換フルオレノン誘導チオピランジオキサイド誘導体、ジフェノキノン誘導体（「Polymer Preprints, Japan, vol. 37, No 3, P 681, (1988)」、特開平3-152184号などに記載されたもの）、ペリレンテトラカルボキシル誘導体（「Jpn. Journal of Applied Physics, vol. 27, No 2, P 269(1988)」「Bull. Chem. Soc. Jpn., vol. 25, P 411(1952)」などに記載されたもの）、アントラキノジメタン誘導体（特開昭57-149259号、同63-104061号などに記載されたもの）、フルオロニリデンメタン誘導体（特開昭60-69657号、同61-148159号などに記載されたもの）、アントロン誘導体（特開昭61-225151号、同61-233750号などに記載されたもの）、オキサジアゾール誘導体（特開平3-79692号などに記載されたもの）、ペリノン誘導体（特開平2-289676号などに記載されたもの）、キノリン錯体誘導体などの化合物を使用する事が出来る。

(12)

21

【0028】

【実施例】次に実施例によって本発明を具体的に説明する。

【0029】実施例1

陽極としてガラス上にITOを150nm成膜した基板（日本板硝子株式会社製P110E-H-PS）を所望の形にパターニングを行った後、アルミナ研磨剤にて水と共に研磨を行った。水洗後、水超音波洗浄10分間2回行い、さらに90℃にて熱風乾燥を行った。

【0030】次にこの基板に、下記「化13」に示す化合物（A-1）をタンクステンボード（日本バックスメタル株式会社SF208）に入れ、 8.0×10^{-7} Torrの真空条件下で0.2nm/secの成膜速度で約80nmの正孔注入層を形成した。

【0031】次いで、真空を保ったまま化合物例N0.36をモリブデンポート（日本バックスメタル株式会社SS-1-9）に入れ、 8.0×10^{-7} Torrの真空条件下で0.2nm/secの成膜速度で約60nmの電子注入層を形成した。

【0032】更にこの上に真空条件を変ること無くMg：*

22

* Ag (10:1原子比合金) を50nm真空蒸着し、陰極を形成した。

【0033】このようにして得られた有機エレクトロルミネッセンス素子に外部電源を接続し18V直流電圧を印可し、そのときの最大輝度を測定した。また温度23℃乾燥室素ガス雰囲気下で18V直流電圧印可による連続点灯を行い、輝度の半減する時間を測定した。この結果を表1に示す。

【0034】実施例2～6

10 電子注入層に用いる化合物を、表1に示した化合物に代えて、実施例1と同様にして有機エレクトロルミネッセンス素子を得た。その特性を表1に示す。

【0035】比較例(1)

電子注入層に「化13」に記載した化合物（B-1）を用いた以外は、実施例1と同様にして素子を作成し、測定を行った。この結果を表1に示す。

【0036】

【表1】

	電子注入 化合物	最高輝度 (cd/m ²)	輝度半減時間 (時間)
実施例1	36	300	126
実施例2	1	340	122
実施例3	4	320	138
実施例4	53	490	143
実施例5	71	420	129
実施例6	113	350	128
比較例1	—	110	42

【0037】実施例7～12

正孔注入層に「化13」に記載した化合物（A-2）を用い、電子注入層に表2に示した化合物を用いた他は、実施例1と同様にして有機エレクトロルミネッセンス素子を作成し、測定を行った。結果は、表2に示す。

【0038】比較例(2)

電子注入層に「化13」に記載した化合物（B-2）を用いた以外は、実施例7と同様にして素子を作成し、測定を行った。この結果を表2に示す。

【0039】

【表2】

(13)

23

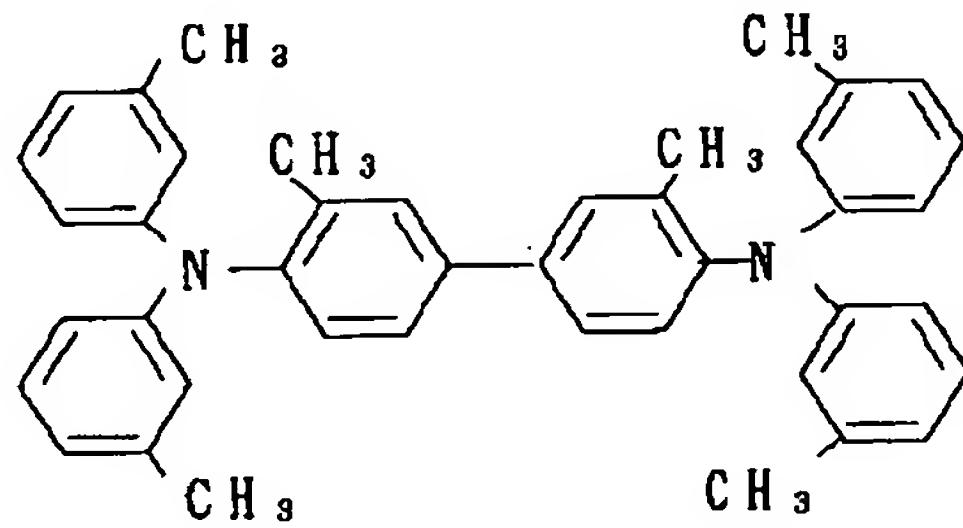
24

	電子注入 化合物	最高輝度 (cd/m ²)	輝度半減時間 (時間)
実施例7	14	220	128
実施例8	24	280	118
実施例9	37	390	148
実施例10	78	410	159
実施例11	84	450	130
実施例12	103	420	134
比較例2	-	150	33

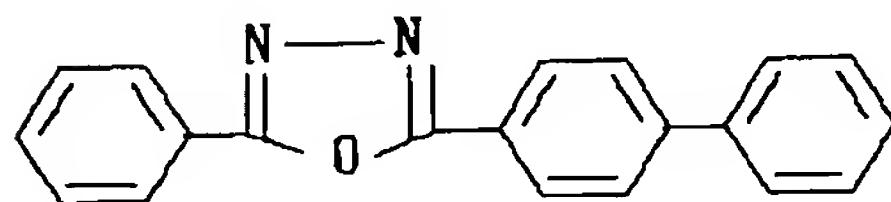
【0040】

* * 【化13】

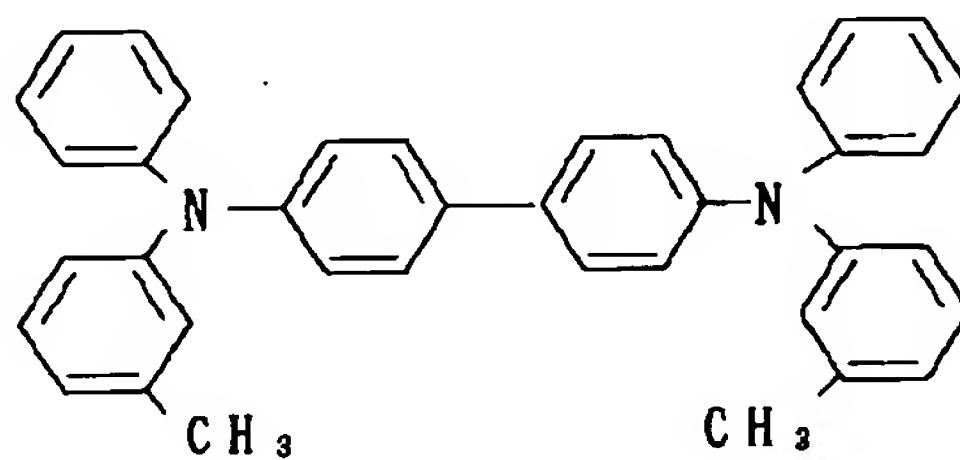
(A - 1)



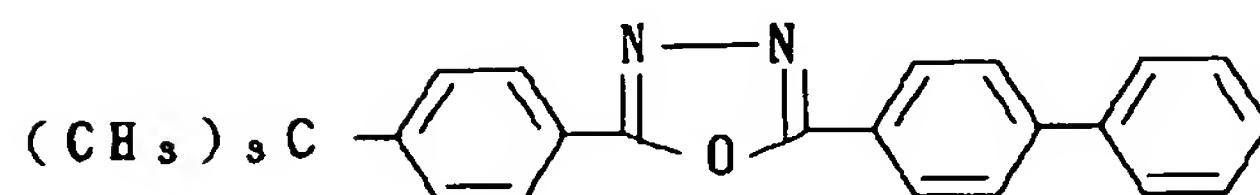
(B - 1)



(A - 2)



(B - 2)



【0041】実施例13～23

(日本板硝子株式会社製P110E-H-PS)を所望の陽極としてガラス上にITOを150nm成膜した基板⁵⁰形にパターニングを行った後、アルミナ研磨剤にて水と

(14)

25

共に研磨を行った。水洗後、水超音波洗浄10分間2回行い、さらに90℃にて熱風乾燥を行った。

【0042】次に、正孔注入物質として前記化合物(A-2)を0.03g、電子注入物質として表3に示した化合物を0.045g、2回再沈精製を行ったポリメタアクリレートをバインダー樹脂として0.045g、これらを1,2-ジクロロエタン10mlに溶解し塗布液を調製した。この塗布液を上記の基板にスピンドル(ミカサ(株)社製1H-D3型)にて1000rpm/15sec.の条件で塗布を行い約100nmの塗膜を得た。

【0043】更にこの上に 8.0×10^{-4} Torrの真空条件下*

26

*で、0.2nm/secの成膜速度でMg:Ag(10:1原子比合金)を50nm真空蒸着し、陰極を形成した。

【0044】このようにして得られた有機エレクトロルミネッセンス素子に外部電源を接続し18V直流電圧を印加し、そのときの最大輝度を測定した。また温度23℃乾燥室素ガス雰囲気下で18V直流電圧印加による連続点灯を行い、輝度の半減する時間を測定した。この結果を表3に示す。

【0045】

¹⁰ 【表3】

	電子注入 化合物	最高輝度 (cd/m ²)	輝度半減時間 (時間)
実施例13	6	220	132
実施例14	23	320	139
実施例15	26	310	125
実施例16	37	400	142
実施例17	41	610	151
実施例18	60	560	144
実施例19	76	250	142
実施例20	86	425	133
実施例21	91	365	128
実施例22	98	315	108
実施例23	124	330	132

【0046】

【発明の効果】本発明に係る特定の有機化合物を用いることにより、発光強度、耐久性に於いて十分に実用に耐える有機エレクトロルミネッセンス素子が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の態様例を示す有機薄膜エレクトロルミネッセンス素子の断面図。

³⁰ 【符号の説明】

- 1 基板
- 2 陽極
- 3 陰極
- 4 発光層
- 5 正孔注入層
- 6 電子注入層

(15)

【図1】

(1)

3.	陰極
4.	発光層
2.	陽極
1.	基板

(2)

3.	陰極
4.	発光層
5.	正孔注入層
2.	陽極
1.	基板

(3)

3.	陰極
6.	電子注入層
4.	発光層
2.	陽極
1.	基板

(4)

3.	陰極
6.	電子注入層
4.	発光層
5.	正孔注入層
2.	陽極
1.	基板